

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

Deutsche Kl.: 6 b, 16/03

53 1.1/07

53 1.1/07

NATIONAL REFERENCE LIBRARY
OF SCIENCE AND INVENTION

18 FEB 1970

Offenlegungsschrift 1923 529

Aktenzeichen: P 19 23 529.1

Anmeldetag: 8. Mai 1969

Offenlegungstag: 4. Dezember 1969

Ausstellungspriorität: —

Unionspriorität

Datum: 29. Mai 1968

Land: Amt für Erfindungs- und Patentwesen, Ost-Berlin

Aktenzeichen: WP 132488

Bezeichnung: Verfahren zur Aufarbeitung eines mikroorganismenhaltigen Produktes

Zusatz zu: —

Ausscheidung aus: —

Anmelder: VEB Ingenieurtechnisches Zentralbüro Mineralöle u. organische
Grundstoffe, Böhlen

Vertreter: —

Als Erfinder benannt: Dietrich, Helfried; Wichmann, Rudolf; Ichttershausen;
Pohlan, Manfred; Schneider, Klaus; Röser, Günter; Pieles, Reinhard;
Hoppe, Siegfried; Arnstadt

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

1923529

Verfahren zur Aufarbeitung eines mikroorganismenhaltigen Produktes

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung eines Produktes, das durch Züchtung von Mikroorganismen auf Kohlenwasserstoffhaltigem Ausgangsmaterial, beispielsweise einer Erdölfraction, in einem wässrigen Nährmedium gewonnen wurde.

Es ist bekannt, daß die Züchtung der Mikroorganismen unter Zufuhr von Sauerstoff in einer Vorrichtung stattfindet, in der das Kohlenwasserstoffhaltige Ausgangsmaterial in dem wässrigen Nährmedium mit den Mikroorganismen als Mehrphasengemisch vorliegt. Bei der Züchtung der Mikroorganismen auf Nährmedien, die geradkettige Kohlenwasserstoffe enthalten, ist es weiterhin bekannt, geringe Mengen Hefeextrakt und / oder bestimmte organische Verbindungen wie Zucker, organische Säuren, oberflächenaktive Substanzen und andere Stoffe dem Fermentationsmedium zuzusetzen, da durch diese Stoffe der Fermentationsprozeß positiv beeinflusst, d. h. das Wachstum der Mikroorganismen gefördert wird.

Nach Entnahme des Fermentationsproduktes mit der darin enthaltenen ganz oder teilweise von den geradkettigen Kohlenwasserstoffen befreiten Erdölfraction, weiterhin Öl genannt, und den Mikroorganismen aus dem Fermentationsprozeß wird dieses in bekannter Weise durch herkömmliche mechanische Trennverfahren, vorzugsweise Dekantieren, in eine wässrige Phase, die aus einem Teil des Nährmediums besteht und in eine leichte Phase, die aus den unverbrauchten Anteilen der Erdölfraction, den Mikroorganismen und dem restlichen Teil des Nährmediums besteht, getrennt. Die wässrige Phase wird verworfen oder zur Einsparung von Frischwasser zur Fermentation zurückgeführt. In der weiteren Aufarbeitung wird der leichten Phase ein anionenaktives, ein kationenaktives oder ein neutrales Netzmittel zugesetzt, das die Oberflächenkräfte vermindert und die anschließende mechanische Trennung des Fermentationsproduktes bzw. der leichten Phase in die drei Komponenten Wasser, Öl und Mikroorganismen, weiterhin mechanische Trennung genannt, ermöglicht. Das vorher pastöse Produkt wird durch den Netzmittelzusatz in einen fließfähigen Zustand versetzt.

909849/1270

- 2 -

1923529

Weiterhin ist bekannt, daß durch Temperaturerhöhung mechanische Phasentrennungen infolge Veränderung der Zähigkeit der Flüssigkeiten begünstigt werden. Speziell die Abtrennung aus Öl und Mikroorganismen enthaltenden Fermentationsprodukten unter Zuhilfenahme von Netzmitteln wird durch Temperaturerhöhung begünstigt. Das abgetrennte Öl wird seiner weiteren Aufarbeitung bzw. Verwendung zugeführt.

Anschließend an die mechanische Trennung, die meist in Zentrifugenparatoren erfolgt, wird das entstehende mikroorganismenhaltige Konzentrat durch Trocknen, beispielsweise auf Walzentrocknern oder in Sprühtrocknern entwässert und danach durch Extraktion vom Restöl und von unerwünschten Zellinhaltsstoffen, beispielsweise Lipiden, befreit.

Mechanische Trennung von Phasen unterschiedlicher Dichte, beispielsweise Hefe und Wasser oder Wasser und Öl ist normalerweise durch Dekantieren im Schwerfeld möglich. Reicht die Erdbeschleunigung zu diesem Zweck nicht aus, wird die Absetzzeit durch Erzeugen eines künstlichen Schwerfeldes proportional dem Vielfachen der Erdbeschleunigung verkürzt. Dadurch ist es beispielsweise möglich, ein mikroorganismen-, Mineralöl und Wasser enthaltendes Fermentationsprodukt, dem Netzmittel zugesetzt worden ist, durch Schleudern in einer Zentrifuge in seine Phasen zu zerlegen und diese getrennt zu gewinnen. Es ist weiterhin möglich, aus dem Fermentationsprodukt bzw. der leichten Phase einen Teil des Wassers schon im Schwerfeld der Erde abzutrennen. Die Bindung zwischen Öl und Mikroorganismen ist jedoch so stark, daß eine Abtrennung größerer Mengen Öl aus dem Gemisch durch Zentrifugation nicht möglich ist.

Die beschriebene mechanische Abtrennung von Öl und Wasser aus der leichten Phase bzw. dem Fermentationsprodukt unter Zuhilfenahme von Netzmitteln weist den Nachteil auf, daß durch den großen Netzmittelbedarf die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens und des erzeugten Endproduktes stark herabgesetzt wird. Ferner vermindert der Netzmittelzusatz die Qualität des Öles. Beispielsweise wird die Raffination von Dieselkraftstoff, der durch Züchtung von Hefe entparafliniert wurde, erschwert. Die meisten der einsetzbaren Netzmittel wirken toxisch, sind unverträglich und / oder beeinflussen den Geschmack des Endproduktes negativ. Die

909849/1270

- 3 -

müssen aus diesem Grunde durch mehrfache Waschungen aus dem mikroorganismenhaltigen Konzentrat entfernt werden. Weiterhin verbleibt ein Teil der Mikroorganismen und des Netzmittels in der wässrigen Phase. Für den Fall, daß die wässrige Phase bzw. ein Teil davon in das Abwasser geleitet werden soll, ist in aufwendige Abwasserreinigung erforderlich. Netzmittel, die verträglich sind, beispielsweise Saccaroseester, und die deshalb in dem mikroorganismenhaltigen Konzentrat belassen werden können, sind nur begrenzt verfügbar oder in ihrem Einsatz sehr aufwendig.

Die bekannte Trocknung des mikroorganismenhaltigen Konzentrates, beispielsweise auf Walzentrocknern oder in Sprühtrocknern, ist sehr apparateaufwendig und verursacht hohe Betriebskosten. Das erhaltene Produkt läßt sich in der nachfolgenden Extraktion schlecht handhaben, da die Trocknungsprozesse meist für Stoff entwickelt und von solchen Verfahren übernommen wurden, die kein Öl enthalten und bei denen auf die Belange der Extraktion demzufolge keine Rücksicht genommen werden mußte. Insbesondere bei kontinuierlichen Extraktionsverfahren wirkt sich die zu feine Körnung bzw. der hohe Staubanteil des Trockenproduktes ungünstig auf die Prozeßführung aus.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Aufarbeitung eines mikroorganismenhaltigen Produktes zu entwickeln, bei dem das Fermentationsprodukt, das durch Züchtung von Mikroorganismen auf kohlenwasserstoffhaltigem Ausgangsmaterial in wässrigem Nährmedium gewonnen wurde, so weit entwässert und entölt wird, daß das auf neue Art herzustellende Endprodukt lagerfähig wird und für die tierische oder menschliche Ernährung verwendet werden kann, und gegebenenfalls dabei entstehende Nebenprodukte nutzbringend, insbesondere zur Stimulierung des Wachstums der Mikroorganismen, zu verwenden.

Erfindungsgemäß wurde überraschenderweise gefunden, daß eine mechanische Trennung des thixotropen, sich wie Konglomerat von Feststoffen verhaltenden Fermentationsproduktes oder der nach Absetzen eines Teiles der wässrigen Phase entstehenden leichten Phase netzmittellos im strömenden Zustand unter Beschleunigungswirkung vorteilhaft durchführbar ist. Hierbei ist entscheidend, daß die mechanische Trennung in einem Strömungsfeld durchgeführt wird, so daß durch die Strömung ein genügender Behinderrung

909849/1270

der Teilchen vermindert und eine Trennung von Teilchen unterschiedlicher Dichte durch Beschleunigungswirkung möglich wird. Unter netzmittelloser Trennung wird in diesem Zusammenhang verstanden, daß dem Fermentationsprodukt kein Netzmittel zum Zweck der Begünstigung der Ölabtrennung zugesetzt wird. Bei der erfindungsgemäßen Phasentrennung ist es für die Menge Öl, die absolut aus einem vorliegenden Fermentationsprodukt abgetrennt werden kann, unwesentlich, ob vor der Ölabtrennung ein Teil des im Gemisch vorhandenen Wassers durch Dekantieren im Schwerfeld der Erde, Zentrifugieren, Separieren oder sonstige Methoden abgetrennt worden ist. Erst nach vorausgegangener stärkerer Entwässerung nimmt die Ölmenge ab, die aus dem Produkt abgetrennt werden kann, offenbar durch die zunehmende Verdichtung und damit zunehmende Zähigkeit des pastösen Produktes, die eine Phasentrennung verhindert.

Im Interesse eines möglichst großen Durchsatzes an Mikroorganismen und Öl durch einen Separator ist es vorteilhaft, eine gewisse Menge Wasser vor der Ölabtrennung aus dem mikroorganismenhaltigen Produkt abzutrennen. Je nach dem gewünschten Grad der Entölung muß im Einzelfall gegenüber der Separatorengröße bzw. -anzahl abgewogen werden, ob eine möglichst weitgehende Entwässerung, die zur Vorbereitung des Produktes auf die weitere Aufarbeitung angestrebt wird, vor oder nach der Entölung erfolgt. Außerdem ist es möglich, Entölung und Entwässerung des mikroorganismenhaltigen Fermentationsproduktes in einem Aggregat vorzunehmen.

Nach erfolgter netzmittelloser mechanischer Trennung, durch die ein großer Teil Wasser und Öl weitgehend frei von fremden Beimengungen aus dem Fermentationsprodukt abgetrennt wurden, kann das mikroorganismenhaltige Konzentrat so pastenartig geworden sein, daß eine weitere mechanische Abtrennung insbesondere von Öl nicht möglich ist. Durch eine anschließende Behandlung des mikroorganismenhaltigen Konzentrats, beispielsweise durch Temperaturveränderung oder durch Netzmittelzusatz oder durch Kombination von Behandlung und Netzmittelzusatz läßt sich das mikroorganismenhaltige Konzentrat durch Verminderung der Oberflächenkraft in einen fließfähigen Zustand versetzen und weiteres Öl mechanisch abtrennen.

Durch die vorausgegangene Abtrennung von Wasser und Öl und

909849/1270

die damit verbundene Verringerung der Konzentration ist so möglich, bei der Temperaturveränderung Energie und / oder bei Netzmittelzusatz einen Teil des Netzmittels einzusparen. Die Nachteile der bekannten mit Netzmitteln durchgeführten mechanischen Trennverfahren werden weitgehend vermieden, d. h. das abgetrennte Wasser und der größte Teil des abgetrennten Öles sind frei von Netzmitteln.

Erfindungsgemäß kann das Fermentationsprodukt vor einer netzmittellosen mechanischen Trennung und / oder nach teilweise durchgeführter netzmittelloser Abtrennung einer Behandlung unterworfen werden, durch die die Mikroorganismen geschädigt oder deren Oberfläche verändert wird und die Bindung zwischen Öl und Mikroorganismen damit verringert wird. Weiterhin können Stoffe aus der Zelle austreten, die oberflächenaktiv wirken und damit die Ölabtrennung weiter begünstigen. Diese Schädigung der Mikroorganismen bzw. Veränderung deren Oberfläche kann durch Temperaturveränderung, die über den Austausch mit der Raumtemperatur hinausgeht, beispielsweise auf $+ 50$ bis $+ 90^{\circ} \text{C}$ oder auf $+ 5$ bis $- 5^{\circ} \text{C}$, wobei das Produkt vor der netzmittellosen mechanischen Abtrennung wieder auf Ausgangstemperatur gebracht werden kann, oder durch eine andere Maßnahme, die eine Zytolyse der Zellen hervorruft, oder durch Anlegen einer elektrischen Wechselspannung oder durch Kombination dieser Behandlungsverfahren erfolgen. Beim Anlegen einer elektrischen Wechselspannung wird die Ölabtrennung dadurch begünstigt, daß sich die Öltropfen in Richtung der Feldlinien ausrichten und damit ein Zusammenschluß kleinerer Öltropfen zu größeren und damit die Abtrennung erleichtert wird.

Der Gehalt an Öl in dem mikroorganismenhaltigen Produkt nach der mechanischen Trennung läßt sich dadurch weiter verringern, daß von dem Produkt ein relativ stark ölhaltiger Teil, der noch Mikroorganismen enthält, mechanisch abgetrennt wird oder daß mit dem Öl ein geringer Teil der Mikroorganismenphase abgetrennt und in einer Reinigungsstufe aus dem Öl entfernt und die so gewonnene relativ stark ölhaltige Phase dem Produktstrom vor der Ölabtrennung, im Falle einer o. a. Behandlung des Fermentationsproduktes insbesondere vor dieser, zugeführt wird.

In Weiterführung der Aufarbeitung wird das Konzentrat eingedampft, getrocknet und extrahiert.

Die Eindampfung wird mehrstufig in Umlaufverdampfern und in der letzten Stufe in einem Dünnschichtrotationsverdampfer mit vorzugsweise beweglichen Wischern vorgenommen. Durch diese Anordnung ist eine weitgehende Konzentrierung möglich, wobei die Energie- und Anlagekosten niedrig gehalten werden. Das Konzentrat wird zwischen Eindampfung und Trocknung granuliert und die Trocknung des Granulates im Luftstrom, vorzugsweise auf einem Fließbett, vorgenommen. Bei der Granulation können dem Konzentrat, das nach der Eindampfung eine pastenartige bis krümelige Konsistenz besitzt, die Granulation fördernde und / oder die Extraktion begünstigende Mittel und / oder den Gebrauchswert des Endproduktes erhöhende Stoffe zugesetzt werden. Beispielsweise kann der Abrieb des späteren Trocken- bzw. Endproduktes dem pastenartigen Konzentrat zur Verbesserung der Granulation und bestimmte Eiweiße enthaltende Stoffe zur Verbesserung der Zusammensetzung des Endproduktes als Futtermittel zugesetzt werden.

Das Restöl, das sich nach der Trocknung in dem Konzentrat befindet, ist zum größten Teil äußerlich an die Zellen bzw. deren Trocknungsprodukte angelagert. Es ist deshalb nach einem Gesichtspunkt der Erfindung vorgesehen, die Extraktion von Restöl und unerwünschten Zellinhaltsstoffen durch turbulentes Mischen und mechanisches Trennen durchzuführen, wobei die Extraktionszeiten nach den Erfordernissen eingestellt und insbesondere in den ersten Stufen kurz sein können.

Nach weiteren Gesichtspunkten der Erfindung wird das Trockenprodukt, insbesondere das getrocknete Granulat, in einem kontinuierlich betriebenen Drehscheibenextraktionsverfahren von Restöl und unerwünschten Zellinhaltsstoffen befreit, wobei zweckmäßigerweise die anfallende Miszella und das extrahierte Produkt getrennt aus dem Extrakteur ausgetragen werden können, oder in einer Pulsationskolonne extrahiert, da hierbei insbesondere für die Extraktion von Teilchen mit einer definierten Korngröße, wie sie nach der Granulation vorliegt, günstige Voraussetzungen gegeben sind.

Das Granulat kann vor der Extraktion durch Mahlen, Brechen, Quetschen oder andere Verfahren in eine für den Extraktionsvorgang besonders günstige Form gebracht werden. Das Restlösungsmittel wird nach dem Extraktionsvorgang und der Miszellaabtrennung im Luftstrom, vorzugsweise auf einem Fließbett ausgetrieben.

Durch die Behandlung zur Schädigung der Mikroorganismen können Stoffe aus der Zelle in das Wasser austreten, die ähnlich wie Hefeextrakt akzessorisch wirken und eine Verbesserung der Ausbeute bei der Fermentation hervorrufen. Weiterhin kann durch Netzmittelzusatz die Fermentation günstig beeinflusst werden. Das nach der Behandlung oder nach dem Netzmittelzusatz abgetrennte Wasser wird deshalb erneut zur Fermentation eingesetzt, die utilisierbaren Bestandteile ausgenutzt und zusätzlich eine Steigerung der Ausbeute bei der Fermentation erzielt.

Je nach Gestaltung der mechanischen Trennung vor der Eindampfung enthält das Konzentrat mehr oder weniger Öl. Der Gehalt an Öl kann dabei so hoch sein, daß er bei der Eindampfung und Trocknung relativ so weit zunimmt, daß weiteres Öl mechanisch abgetrennt werden kann. Das freiwerdende Öl wird deshalb nach einer Stufe der Verdampfung oder nach der Trocknung mechanisch durch Separieren, Zentrifugieren, Abpressen oder andere Verfahren aus dem Konzentrat entfernt. Weiterhin kann ein Teil des Öles mit Wasser verdampfen und wird danach mechanisch vom Kondensat abgetrennt.

Ein Teil des Konzentrates wird nach der mechanischen Trennung oder nach erfolgter teilweiser Eindampfung auf das auf dem Fließbett befindliche Granulat aufgesprüht und getrocknet. Dabei baut sich das aufgesprühte Konzentrat in poröser Form auf die sich bereits in der Wirbelschicht befindlichen Teilchen auf. Gleichzeitig kann eine Variation der Teilchenabmessung erfolgen. Mit diesem Verfahrensschritt wird erreicht, daß für die nachfolgende Extraktion Teilchen geeigneten Form und Struktur entstehen.

Da die Abluft aus der Trocknung auch nach der Kondensation von Wasser und Öl nach Ölrest enthält, kann sie nicht ohne weitere Behandlung in die Frische abgelassen werden. Sie wird deshalb insb -

sondere bei indirekter Beheizung im Kreislauf gefahren, der größte Teil von Wasser und Öl kondensiert und ein Teil der Abluft als Verbrennungsluft eingesetzt.

Der Gehalt an Öl in dem Konzentrat vor der thermischen Trennung wirkt sich ungünstig auf die Wärmeübertragungseigenschaften des Produktes bzw. der Vorrichtungen zur Durchführung des Verfahrens aus. Es ist deshalb vorteilhaft, das Öl vor der thermischen Trennung so weit wie möglich aus dem Produkt zu entfernen. Deshalb wird die Lösungsmittelwäsche bzw. Extraktion vor der thermischen Trennung durchgeführt. Dies erfolgt beispielsweise durch Ausfrieren des Wassers, mechanische Abtrennung, Extraktion und daran anschließende Eindampfung und Trocknung. Je nach der Gestaltung des Gefriervorganges, z. B. durch Einsprühen in unterkühltes Lösungsmittel, ist es möglich, einen so niedrigen Restölgehalt im Produkt zu erreichen, daß eine anschließende Extraktion nach der Trocknung nicht erforderlich ist. Weiterhin kann es zweckmäßig sein, das Verfahren mehrstufig, d. h. durch mehrfaches Frieren, Waschen, Trennen, Tauen zu gestalten.

Bei Durchführung dieses Verfahrens oder der Temperaturänderung vor bzw. während der mechanischen Trennung auf eine Temperatur unterhalb der Fermentationstemperatur zur Schädigung der Mikroorganismen bzw. deren Oberfläche oder eine Kombination oder eine Kombination dieser Verfahren ist es vorteilhaft, die dem Produkt vermittelte Kälte zurückzugewinnen und zur Kühlung des Fermentationsprozesses einzusetzen.

Die Erfindung wird nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert.

In einem belüfteten Rührwerksbehälter wird eine Hefe der Gattung Candida auf einer Erdölfraction in einem wäßrigen, mineralstoffhaltigen Nährmedium kontinuierlich gezüchtet. Das entstehende hefe- und ölhaltige Produkt wird einem Dekantiergefäß zugeführt, in dem ein Teil der wäßrigen Phase des Produktes abgetrennt und dem Abwasser zugeführt bzw. in den Rührwerksbehälter zurückgeführt wird. Der Produktstrom (leichte Phase), der das Öl, die Hefe und den Rest der wäßrigen Phase enthält, wird einem unter Druck arbeitenden Tellerseparator zugeführt

und separiert. Dabei wird ein großer Teil des Öls abgetrennt und seiner weiteren Verwendung zugeführt.

In der nächsten Trennstufe wird vom Produktstrom in einem ebenfalls unter Druck arbeitenden Fließseparator ein weiterer Teil der wässrigen Phase abgetrennt und dem Abwasser zugeleitet bzw. in den Rührwerksbehälter zurückgeführt.

Die Reihenfolge der Abtrennung des Öles und der wässrigen Phase aus dem Produktstrom ist umkehrbar. Das so vorliegende Produkt kann bereits der weiteren Aufarbeitung zugeführt werden.

Bei einer weiteren Entölung wird dem nach den beschriebenen Verfahrensstufen gewonnenen Konzentrat eine wässrige Lösung eines oberflächenaktiven Mittels (Netzmittel) zugesetzt. Zur Verbesserung der Fließeigenschaften sowie zur Intensivierung der Wirkung des Netzmittels wird das Konzentrat in einem Plattenwärmeaustauscher auf ca. 50° C erwärmt und in einem Füllseparator aus ihm weiteres Öl abgetrennt. Der Netzmittelsatz und die Erwärmung können bereits nach der mechanischen Entwässerung, sofern diese die erste Trennstufe darstellt, erfolgen. Das gewonnene Konzentrat wird in einer Fallstromverdampferanlage oder einer Umlaufverdampferanlage und anschließend in einem mit beweglichen Wischern ausgestatteten Dünnschichtrotationsverdampfer eingedampft. Das nach dieser Eindampfung anfallende Produkt wird vor oder während einer anschließenden Granulierung mit dem Abrieb des Fertigproduktes bzw. mit anderen die Granulation fördernden und/oder den Gebrauchswert des Fertigproduktes erhöhenden Stoffen, z. B. Trockenfuttermittel, Sojamehl, Grümehl u. a., vermischt. Anschließend wird das Produkt in einem Wirbelschichttrockner (Fließbettrockner) im Luftstrom getrocknet. Die Abluft aus dem Trockner wird nach der Kondensation und Abscheidung des größten Teiles des darin enthaltenen Wassers und Öles wieder vollständig oder teilweise dem Trockner oder der Verbrennungsluft zugeführt. Das granuliertes Trockenprodukt weist ein enges Kornspektrum auf, d. h. es besitzt eine für die Extraktion vorteilhafte Struktur und kann dadurch in einem kontinuierlich arbeitenden Drehscheibenextraktor mit einem Lösungsmittel, z. B. Extraktionsbenzin oder Hexan, von den Festen der Erdölfraktion befreit werden. Produkt und Lösungsmittel durchlaufen den Extraktor im Gegenstrom. Das

Restlösungsmittel wird aus dem extrahierten Produkt mit Hilfe eines Heißluft-, Dampf- oder Inertgasstromes in einem Fließbettrockner ausgetrieben.

Die Extraktion kann auch in einer kontinuierlich arbeitenden Pulsationskolonne erfolgen. Dabei durchläuft das Produkt die Kolonne ebenfalls im Gegenstrom zum Lösungsmittel.

Wird das netzmittellos entwässerte und entölte Produkt wie bereits angeführt sofort der weiteren Aufarbeitung zugeführt, besitzt es noch einen relativ hohen Restölgehalt. Aus diesem Grunde wird es in einer Dunnschichtrotationsverdampferanlage eingedampft und das dabei anfallende Kondensat, welches aus Wasser und leichtsiedenden Bestandteilen der Erdölfraction besteht, wird in einem Kellenseparator getrennt. Das nach der Eindampfung anfallende Konzentrat wird in einer Dekantierzentrifuge vom anhaftenden Öl, das durch Verdampfen des Wassers in seinem Anteil relativ zugenommen hat, getrennt, anschließend auf Walzentrocknern getrocknet und das dabei freiwerdende Öl in einer Schneckenpresse abgetrennt. Der Pressrückstand wird zerkleinert und kontinuierlich einem hochtourigen Mischer zugeführt, mit Lösungsmittel, z. B. Extraktionsbenzin oder Hexan, versetzt und in einer Dekantierzentrifuge vom mit Öl gesättigten Lösungsmittel wieder getrennt. Dieser Vorgang wird in weiteren Stufen wiederholt bis das Produkt die gewünschte Reinheit bezüglich der Reste und unerwünschter Begleitstoffe hat. Das Lösungsmittel wird dabei im Gegenstrom zum Produkt durch die Stufen geführt. Die Reste des Lösungsmittels werden üblicherweise aus dem Fertigprodukt ausgedampft und zurückgewonnen.

Um das netzmittellos entwässerte und entölte Produkt weiter zu entölen, kann es in kontinuierlich arbeitenden Kahlmischern auf -3°C abgekühlt werden, so daß die wässrige Phase gefriert. Dieses Produkt wird ein polares Lösungsmittel, z. B. Aceton, zugesetzt, und in einer Dekantierzentrifuge vom gesättigten Lösungsmittel wieder getrennt. Anschließend wird das Produkt aufgetaut und wieder abgekühlt, so daß der wässrige Anteil erneut gefriert. Der Vorgang Waschen, Abtrennen des Lösungsmittels, Auftauen und wieder Abkühlen wird je nach gewünschter Reinheit wiederholt. Das Abkühlen des Konzentrates kann auch durch Versprühen in einem Kälte-träger, vorzugsweise Luft, Inertgas oder Lösungsmittel, erreicht werden.

folgen. Dabei wird das Produkt, wenn es in einen gasförmigen Kälte-träger versprüht wird, anschließend mit einem Lösungsmittel gewaschen. Wird das Produkt in ein Lösungsmittel direkt eingesprüht, findet der Waschvorgang gleichzeitig statt. In diesen Prozeß schließt sich eine der bereits beschriebenen thermischen Entwässerungen durch Verdampfen und Trocknen an.

Bei allen beschriebenen Möglichkeiten wird die dem Produkt übertragene Kälte durch Wärmeaustausch zurückgewonnen und bei der Kühlung des belüfteten Rührwerksbehälters, in welchem durch den Fermentationsprozeß Wärme entsteht, ausgenutzt.

Versuche haben ergeben, daß bestimmte Behandlungen vor den bisher beschriebenen Trennstufen (erste Stufen der Separation in Tellerseparatoren) eine Intensivierung der Entölung und Entwässerung bewirken.

Das Konzentrat, das nach der mechanischen Entölung und Entwässerung anfällt, wird in einem Plattenwärmetauscher auf 70°C erwärmt, so daß die Hefezellen abgetötet bzw. geschädigt werden und ihre feste Bindung an das Öl verloren geht. Aus diesem Konzentrat wird dann ein Gemisch, das aus Öl als Hauptbestandteil sowie Wasser und Hefe besteht, in einem Tellerseparator abgetrennt. Dieses Gemisch wird in einem weiteren Tellerseparator getrennt in eine reine Ölphase, die der weiteren Aufarbeitung zugeführt wird, in eine wäßrige Phase, die Zellinhaltsstoffe der Hefe enthält, die bei der Erwärmung entstanden bzw. freigeworden sind und die zur Verbesserung der Bedingungen bei der Fermentation und zur Förderung des Wachstums der Hefe in den Fermentor zurückgeführt wird und in eine feststoffhaltige Phase, die dem Konzentrat vor der Erwärmung zugemischt wird. Das Konzentrat, aus dem das Öl-, wasser- und feststoffhaltige Gemisch abgetrennt worden ist, wird eingedampft, getrocknet und extrahiert. Der gleiche Effekt der Schädigung wird erzielt, indem eine Abkühlung im Bereich von $+5^{\circ}\text{C}$ bis -5°C erfolgt. ~~Weiterhin wurde gefunden, daß auch das Anlegen einer elektrischen Wechselspannung, γ -Strahlen mit elektromagnetischen Wellen, insbesondere Kurzwellen, Röntgenstrahlen oder Gammastrahlen die gleiche Wirkung zeigen. Eine Kombination einzelner dieser Behandlungsverfahren kann die Wirkung noch verstärken.~~

- 12 -

Der Ölgehalt im Produkt nach der mechanischen Ölabtrennung kann weiter gesenkt werden, indem ein geringer Teil der Mikroorganismenphase bei der Ölabtrennung mit abgetrennt und in einer Reinigungsstufe aus dem Öl entfernt wird oder nach der mechanischen Ölabtrennung von dem mikroorganismenhaltigen Konzentrat ein relativ stark ölhaltiger Teil abgetrennt und die so gewonnene stark ölhaltige Phase dem Produktstrom vor der mechanischen Ölabtrennung wieder zugeführt wird.

909849/1270

1923529

13

Patentansprüche

1. Verfahren zur Aufarbeitung eines mikroorganismenhaltigen Fermentationsproduktes, welches durch Züchtung von Mikroorganismen auf kohlenwasserstoffhaltigen Ausgangsmaterial in einem wässrigen Nährmedium gewonnen wurde, dadurch gekennzeichnet, daß die mechanische Trennung des Mikrotropfen, sich wie ein Konglomerat von Feststoffen verhaltenden Fermentationsproduktes oder der nach Absetzen eines Teiles der wässrigen Phase entstehenden leichten Phase netzmittellos oder im Falle einer mehrstufigen mechanischen Trennung mindestens die erste Abtrennung in strömendem Zustand netzmittellos unter Einwirkung eines Beschleunigungsfeldes vorgenommen wird und die weiteren Verarbeitungsstufen Eindampfen, Trocknen, Extrahieren durchgeführt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß vor einer netzmittellosen mechanischen Abtrennung und / oder nach teilweise durchgeführter netzmittelloser Abtrennung eine Behandlung des Fermentationsproduktes entweder durch Temperaturveränderung, die über den Austausch mit der Umgebungstemperatur hinausgeht, vorzugeweise auf $+ 50^{\circ} \text{C}$ bis $+ 90^{\circ} \text{C}$ oder $+ 5^{\circ} \text{C}$ bis $- 5^{\circ} \text{C}$, wobei das Produkt vor der netzmittellosen mechanischen Abtrennung wieder auf Ausgangstemperatur gebracht werden kann, oder durch eine andere Maßnahme, die eine Zytorrhoe der Zellen hervorruft, durch Anlegen einer elektrischen Wechselspannung oder eine Kombination der einzelnen Behandlungsverfahren erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß bei der mechanischen Ölabtrennung ein geringer Teil der Mikroorganismenphase mit abgetrennt und in einer Reinigungsstufe aus dem Öl entfernt oder nach der mechanischen Ölabtrennung von dem mikroorganismenhaltigen Konzentrat ein relativ stark ölhaltiger Teil abgetrennt und die so gewonnene stark ölhaltige Phase dem Produktstrom vor der mechanischen Ölabtrennung, vor dem Netzmittelzusatz oder vor der zusätzlichen Behandlung zugeführt wird.

909849/1270

- 2 -
14

1923529

1. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Eindampfung mehrstufig in Fallstrom- oder Umlaufverdampfern und in der letzten Stufe in einem Dünnschichtrotationsverdampfer mit vorzugsweise beweglichen Wischern durchgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Konzentrat zwischen Eindampfung und Trocknung granuliert wird und die Trocknung des Granulats im Luftstrom vorzugsweise auf einem Fließbett erfolgt.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß vor oder während der Granulation dem Konzentrat die Granulation fördernde und / oder die Extraktion begünstigende und / oder den Gebrauchswert des Endproduktes erhöhende Stoffe zugesetzt werden.
7. Verfahren nach Anspruch 1, 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Extraktion von Restöl und unerwünschten Zellinhaltsstoffen mehrstufig durch turbulentes Mischen und mechanisches Trennen erfolgt.
8. Verfahren nach Anspruch 1, 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Extraktion von Restöl und unerwünschten Zellinhaltsstoffen aus dem Produkt in einem Drehscheibenextrakteur erfolgt.
9. Verfahren nach Anspruch 1, 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Extraktion von Restöl und unerwünschten Zellinhaltsstoffen aus dem Produkt in einer Pulsationskolonne erfolgt.
10. Verfahren nach Anspruch 1, 7, 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Restlösungsmittel in einem Fließbett ausgetrieben wird.
11. Verfahren nach Anspruch 1, 2, oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß anstelle der nach der mechanischen Trennung beschriebenen Verfahrensstufen, wobei die mechanische Trennung ganz oder teilweise durchgeführt sein kann, das mikroorganismenhaltige Konzentrat so weit abgekühlt wird, daß ihr wässriger Anteil gefriert, das Öl durch mechanisch und / oder thermisch entwässert wird.

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Abkühlen des Konzentrates durch Versprühen in einem Kälteträger, vorzugsweise Luft, Inertgas oder Lösungsmittel, erfolgt.
13. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Verfahrensschritte
- Abkühlen,
 - mechanisches Trennen,
 - Extrahieren
 - Auftauen
- jeweils in der gleichen Reihenfolge mehrmals hintereinander durchgeführt werden.
14. Verfahren nach Anspruch 1 bis 11 oder 13, dadurch gekennzeichnet, daß das mechanisch abgetrennte Wasser zur Verbesserung der Fermentation und zur Ausnutzung der in ihm enthaltenen utilisierbaren Bestandteile zur Fermentation zurückgeführt wird.
15. Verfahren nach Anspruch 1, 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das beim Eindampfen und / oder beim Trocknen freiwerdende Öl mechanisch vom Wasser bzw. Konzentrat getrennt wird.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Abluft aus der Trocknung nach Kondensation des größten Teiles des darin enthaltenen Wassers und Öles im Kreislauf gefahren und / oder der Verbrennungsluft zugeführt wird.
17. Verfahren nach Anspruch 2, 11 oder 13, dadurch gekennzeichnet, daß die dem Produkt vermittelte Kälte weitgehend zurückgewonnen und zur Kühlung des Fermentationsprozesses verwendet wird.